

## DIN EN ISO 17947



ICS 81.060.30

**Entwurf**

Einsprüche bis 2022-12-28  
Vorgesehen als Ersatz für  
DIN V ENV 14226:2002-07

**Hochleistungskeramik –  
Verfahren zur chemischen Analyse von feinen Pulvern aus Siliciumnitrid  
(ISO 17947:2014);  
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 17947:2022**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –  
Methods for chemical analysis of fine silicon nitride powders (ISO 17947:2014);  
German and English version prEN ISO 17947:2022

Céramiques techniques –  
Méthodes pour l'analyse chimique de poudres de nitrure de silicium (ISO 17947:2014);  
Version allemande et anglaise prEN ISO 17947:2022

**Anwendungswarnvermerk**

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-10-28 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter [www.din.de/go/entwuerfe](http://www.din.de/go/entwuerfe) bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter [www.entwuerfe.normenbibliothek.de](http://www.entwuerfe.normenbibliothek.de), sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an [nmp@din.de](mailto:nmp@din.de) möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter [www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe](http://www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe) oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter [www.dke.de/stellungnahme](http://www.dke.de/stellungnahme) abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 80 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

## Nationales Vorwort

Der Text von ISO 17947:2014 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als prEN ISO 17947:2022 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-66 AA „Chemische Analyse von Keramik- und Glaswerkstoffen“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

|             |       |                    |
|-------------|-------|--------------------|
| ISO 3696    | siehe | DIN ISO 3696       |
| ISO 21068-2 | siehe | DIN EN ISO 21068-2 |
| ISO 21068-3 | siehe | DIN EN ISO 21068-3 |
| ISO 26845   | siehe | DIN EN ISO 26845   |

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN ([www.din.de](http://www.din.de)) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

## Änderungen

Gegenüber DIN V ENV 14226:2002-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) identische Übernahme der aktuelleren ISO 17947;
- b) Norm redaktionell überarbeitet.

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN EN ISO 21068-2, *Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen — Teil 2: Bestimmung des Glühverlustes und Gehaltes an Gesamtkohlenstoff, freiem Kohlenstoff und Siliciumcarbid, des Gehaltes an gesamtem und freiem Silicium(IV)-oxid sowie an gesamtem und freiem Silicium*

DIN EN ISO 21068-3, *Chemische Analyse von Siliciumcarbid enthaltenden Rohstoffen und feuerfesten Erzeugnissen — Teil 3: Bestimmung des Gehaltes an Stickstoff, Sauerstoff sowie metallischen und oxidischen Bestandteilen*

DIN EN ISO 26845, *Chemische Analyse feuerfester Erzeugnisse — Allgemeine Anforderungen an die nasschemische Analyse, Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)-Verfahren, Atomemissionsspektrometrie mit Anregung durch ein induktiv gekoppeltes Plasma (ICP-AES)*

DIN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

– Leerseite –

**Hochleistungskeramik – Verfahren zur chemischen Analyse von feinen Pulvern aus Siliciumnitrid (ISO 17947:2014)**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Methods for chemical analysis of fine silicon nitride powders (ISO 17947:2014)

Céramiques techniques – Méthodes pour l'analyse chimique de poudres de nitrure de silicium (ISO 17947:2014)

## **Inhalt**

|                                                                                                               | Seite |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Europäisches Vorwort . . . . .                                                                                | 5     |
| Vorwort . . . . .                                                                                             | 6     |
| Einleitung . . . . .                                                                                          | 7     |
| 1 Anwendungsbereich . . . . .                                                                                 | 8     |
| 2 Normative Verweisungen . . . . .                                                                            | 8     |
| 3 Analyten und Bereiche . . . . .                                                                             | 8     |
| 4 Vorbereitung von Proben . . . . .                                                                           | 9     |
| 4.1 Probenahme . . . . .                                                                                      | 9     |
| 4.2 Trocknung . . . . .                                                                                       | 9     |
| 4.3 Wägen . . . . .                                                                                           | 9     |
| 5 Prüfeinrichtung und Reagenzien . . . . .                                                                    | 9     |
| 6 Blindversuch . . . . .                                                                                      | 9     |
| 7 Bestimmung des Gesamtsiliciumgehalts . . . . .                                                              | 10    |
| 7.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren . . . . .                                                        | 10    |
| 7.2 Gravimetrie und ICP-OES nach Schmelzen und Abspaltung durch<br>Dehydratisierung/Unlöslichmachen . . . . . | 10    |
| 7.2.1 Kurzbeschreibung . . . . .                                                                              | 10    |
| 7.2.2 Reagenzien . . . . .                                                                                    | 10    |
| 7.2.3 Prüfeinrichtungen und Geräte . . . . .                                                                  | 10    |
| 7.2.4 Durchführung . . . . .                                                                                  | 11    |
| 7.2.5 Blindversuch . . . . .                                                                                  | 11    |
| 7.2.6 Erstellen der Kalibrierkurve . . . . .                                                                  | 12    |
| 7.2.7 Berechnung . . . . .                                                                                    | 12    |
| 7.3 Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) mit Schmelzaufschluss-Verfahren . . . . .                                 | 12    |
| 8 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehalts . . . . .                                                            | 12    |
| 8.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren . . . . .                                                        | 12    |
| 8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung . . . . .                    | 12    |
| 8.2.1 Kurzbeschreibung . . . . .                                                                              | 12    |
| 8.2.2 Reagenzien . . . . .                                                                                    | 13    |
| 8.2.3 Prüfeinrichtung . . . . .                                                                               | 13    |
| 8.2.4 Durchführung . . . . .                                                                                  | 16    |
| 8.2.5 Messung der Ausbeute . . . . .                                                                          | 16    |
| 8.2.6 Berechnung . . . . .                                                                                    | 17    |
| 8.3 Thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion . . . . .                                      | 17    |
| 8.3.1 Kurzbeschreibung . . . . .                                                                              | 17    |
| 8.3.2 Reagenzien . . . . .                                                                                    | 17    |
| 8.3.3 Prüfeinrichtung . . . . .                                                                               | 17    |
| 8.3.4 Messgerät . . . . .                                                                                     | 18    |
| 8.3.5 Durchführung . . . . .                                                                                  | 19    |
| 8.3.6 Blindversuch . . . . .                                                                                  | 19    |
| 8.3.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten . . . . .                                                         | 20    |
| 8.3.8 Berechnung . . . . .                                                                                    | 20    |
| 8.4 Acidimetrische Titration nach Schmelzen und Ammoniaktrennung . . . . .                                    | 20    |
| 9 Bestimmung von Aluminium, Eisen und Calcium . . . . .                                                       | 20    |
| 9.1 Kurzbeschreibung . . . . .                                                                                | 20    |
| 9.2 Reagenzien . . . . .                                                                                      | 21    |
| 9.3 Prüfeinrichtungen und Geräte . . . . .                                                                    | 21    |
| 9.4 Durchführung . . . . .                                                                                    | 21    |
| 9.5 Blindversuch . . . . .                                                                                    | 22    |
| 9.6 Erstellen der Kalibrierkurve . . . . .                                                                    | 22    |
| 9.7 Berechnung . . . . .                                                                                      | 22    |

|                       |                                                                            |    |
|-----------------------|----------------------------------------------------------------------------|----|
| 10                    | Bestimmung von Sauerstoff . . . . .                                        | 23 |
| 10.1                  | Kurzbeschreibung . . . . .                                                 | 23 |
| 10.2                  | Reagenzien . . . . .                                                       | 23 |
| 10.3                  | Prüfeinrichtung . . . . .                                                  | 23 |
| 10.4                  | Messgerät . . . . .                                                        | 23 |
| 10.5                  | Durchführung . . . . .                                                     | 23 |
| 10.6                  | Blindversuch . . . . .                                                     | 23 |
| 10.7                  | Berechnung des Kalibrierkoeffizienten . . . . .                            | 23 |
| 10.8                  | Berechnung . . . . .                                                       | 24 |
| 11                    | Bestimmung von Kohlenstoff . . . . .                                       | 24 |
| 11.1                  | Klassifizierung der Bestimmungsverfahren . . . . .                         | 24 |
| 11.2                  | IR-Absorptionsspektrometrie nach Verbrennung (Hochfrequenz-Ofen) . . . . . | 24 |
| 11.2.1                | Kurzbeschreibung . . . . .                                                 | 24 |
| 11.2.2                | Reagenzien . . . . .                                                       | 25 |
| 11.2.3                | Prüfeinrichtung . . . . .                                                  | 25 |
| 11.2.4                | Messgerät . . . . .                                                        | 25 |
| 11.2.5                | Durchführung . . . . .                                                     | 26 |
| 11.2.6                | Blindversuch . . . . .                                                     | 26 |
| 11.2.7                | Berechnung des Kalibrierkoeffizienten . . . . .                            | 26 |
| 11.2.8                | Berechnung . . . . .                                                       | 26 |
| 11.3                  | Coulometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) . . . . .                   | 27 |
| 11.4                  | Gravimetrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) . . . . .                   | 27 |
| 11.5                  | Konduktometrie nach Verbrennung (Widerstandsofen) . . . . .                | 27 |
| 12                    | Bestimmung von Fluor und Chlor . . . . .                                   | 27 |
| 12.1                  | Kurzbeschreibung . . . . .                                                 | 27 |
| 12.2                  | Reagenzien . . . . .                                                       | 27 |
| 12.3                  | Prüfeinrichtung und Geräte . . . . .                                       | 28 |
| 12.4                  | Durchführung . . . . .                                                     | 28 |
| 12.4.1                | Extraktion von Fluor und Chlor aus der Probe . . . . .                     | 28 |
| 12.4.2                | Bestimmung von Fluor und Chlor . . . . .                                   | 28 |
| 12.5                  | Blindversuch . . . . .                                                     | 29 |
| 12.6                  | Erstellen der Kalibrierkurve . . . . .                                     | 29 |
| 12.7                  | Berechnung . . . . .                                                       | 29 |
| 13                    | Angabe der Ergebnisse der Analyse . . . . .                                | 30 |
| 13.1                  | Anzahl der Analysen . . . . .                                              | 30 |
| 13.2                  | Auswertung der Analysenergebnisse . . . . .                                | 30 |
| 13.3                  | Angabe der Analysenergebnisse . . . . .                                    | 30 |
| 14                    | Prüfbericht . . . . .                                                      | 30 |
| Anhang A (informativ) | Liste von handelsüblichen zertifizierten Referenzmaterialien . . . . .     | 32 |
| Anhang B (informativ) | Analysenergebnisse aus einem Ringversuch . . . . .                         | 33 |
| Anhang C (informativ) | ICP-OES-Spektrallinien . . . . .                                           | 38 |
| Literaturhinweise     | . . . . .                                                                  | 39 |

## Bilder

|                                                                                                              |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Bild 1 — Beispiel für ein abgedichtetes Aufschlussgefäß . . . . .                                            | 14 |
| Bild 2 — Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät . . . . .                                                  | 15 |
| Bild 3 — Beispiel für einen Graphittiegel . . . . .                                                          | 18 |
| Bild 4 — Blockdiagramm der thermischen Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion . . . . .             | 19 |
| Bild 5 — Blockdiagramm eines Analysators für Kohlenstoff für die IR-Spektrometrie nach Verbrennung . . . . . | 25 |

## Tabellen

|                                                                                                                             |           |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Tabelle 1 — Toleranzwerte für die Analysenergebnisse</b> . . . . .                                                       | <b>30</b> |
| <b>Tabelle B.1 — Analysenergebnisse mit JCRM R 003 für Haupt- und Nebenelemente</b><br><b>in % (Massenanteil)</b> . . . . . | <b>33</b> |
| <b>Tabelle B.2 — Analysenergebnisse mit JCRM R 004 für Haupt- und Nebenelemente</b><br><b>in % (Massenanteil)</b> . . . . . | <b>34</b> |
| <b>Tabelle B.3 — Analysenergebnisse mit JCRM R 005 für Haupt- und Nebenelemente</b><br><b>in % (Massenanteil)</b> . . . . . | <b>35</b> |
| <b>Tabelle B.4 — Analysenergebnisse mit JCRMs für Fluor und Chlor in % (Massenanteil)</b> . . . . .                         | <b>37</b> |

## Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 17947:2014 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ als prEN ISO 17947:2022 übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

### Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 17947:2014 wurde von CEN als prEN ISO 17947:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welt handelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: [www.iso.org/iso/foreword.html](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 206, *Fine ceramics*.

## **Einleitung**

Diese Internationale Norm wurde auf Grundlage einer Japanischen Industrienorm JIS R 1603:2007 mit Bezug zu CEN ENV 14226:2002 und ASTM C1494-01:2007 erarbeitet und gilt für die chemische Analyse von Rohpulver aus Siliciumnitrid für den Einsatz in Hochleistungskeramik. Diese Internationale Norm behandelt sowohl Haupt- als auch Nebenbestandteile wie Gesamtsilicium, Gesamtstickstoff und einige Spurenmetalle und nicht-metallische Elemente.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die Verfahren für die chemische Analyse von feinen Pulvern aus Siliciumnitrid, die als Ausgangsstoffe für Hochleistungskeramik verwendet werden, fest.

Diese Internationale Norm legt die Verfahren zur Bestimmung des Gesamtsiliciumgehalts, des Gesamtstickstoffgehalts, des Gehalts an Aluminium, Eisen, Calcium, Sauerstoff, Kohlenstoff, Fluor und Chlor in feinen Pulvern aus Siliciumnitrid fest.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 2828, *Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Determination of fluorine content — Alizarin complexone and lanthanum chloride spectrophotometric method*

ISO 3696, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 6353-1, *Reagents for chemical analysis — Part 1: General test methods*

ISO 6353-2, *Reagents for chemical analysis — Part 2: Specifications — First series*

ISO 6353-3, *Reagents for chemical analysis — Part 3: Specifications — Second series*

ISO 8656-1, *Refractory products — Sampling of raw materials and unshaped products — Part 1: Sampling scheme*

ISO 21068-2, *Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products — Part 2: Determination of loss on ignition, total carbon, free carbon and silicon carbide, total and free silica and total and free silicon*

ISO 21068-3, *Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and refractory products — Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic constituents*

ISO 21438-2, *Workplace atmospheres — Determination of inorganic acids by ion chromatography — Part 2: Volatile acids, except hydrofluoric acid (hydrochloric acid, hydrobromic acid and nitric acid)*

ISO 21438-3, *Workplace atmospheres — Determination of inorganic acids by ion chromatography — Part 3: Hydrofluoric acid and particulate fluorides*

ISO 26845, *Chemical analysis of refractories — General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) methods*

EN 12698-1, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus nitridgebundenem Siliciumcarbid — Teil 1: Chemische Verfahren*

EN 12698-2, *Chemische Analyse von feuerfesten Erzeugnissen aus nitridgebundenem Siliciumcarbid — Teil 2: XRD-Verfahren*

## 3 Analyten und Bereiche

Die in dieser Internationalen Norm festgelegten Analyten und deren Bereiche müssen wie folgt sein.

- a) Gesamtsilicium (T. Si), Bereich von 30 % bis 70 % (Massenanteil);
- b) Gesamtstickstoff (T. N), Bereich von 30 % bis 45 % (Massenanteil);
- c) Aluminium (Al), Bereich von 0,001 % bis 0,6 % (Massenanteil);
- d) Eisen (Fe), Bereich von 0,001 % bis 0,6 % (Massenanteil);
- e) Calcium (Ca), Bereich von 0,001 % bis 0,03 % (Massenanteil);
- f) Sauerstoff (O), Bereich von 0,05 % bis 5 % (Massenanteil);
- g) Kohlenstoff (C), Bereich von 0,01 % bis 6 % (Massenanteil);
- h) Fluor (F), Bereich von 0,001 % bis 0,2 % (Massenanteil);
- i) Chlor (Cl), Bereich von 0,001 % bis 0,2 % (Massenanteil).

## 4 Vorbereitung von Proben

Das Verfahren zur Vorbereitung der Proben muss ISO 8656-1 entsprechen, sofern zwischen dem Laboratorium, das die Analyse durchführt, und dem Auftraggeber keine anderen Festlegungen getroffen wurden.

### 4.1 Probenahme

Die Probenahme erfolgt in Übereinstimmung mit ISO 8656-1.

### 4.2 Trocknung

Etwa 10 g Probe werden in eine flache Wägeflasche (60 mm × 30 mm) gefüllt und gleichmäßig auf dem Flaschenboden verteilt. Die Flasche wird ohne Deckel für 2 h in ein Luftbad bei  $(110 \pm 5)$  °C gestellt und anschließend für 1 h in einem Exsikkator (Trocknungsmittel: Magnesiumperchlorat) abgekühlt.

### 4.3 Wägen

Die Probe wird mit einer Waage auf 0,1 mg der geforderten Menge gewogen.

## 5 Prüfeinrichtung und Reagenzien

Sofern für die jeweilige Bestimmung nichts anderes festgelegt ist, werden die üblichen Laborgeräte für die chemische Analyse nach ISO 26845, Abschnitt 4, soweit notwendig, verwendet. Die Reagenzien sollten den Anforderungen von ISO 6353-1, ISO 6353-2 und ISO 6353-3, soweit zutreffend, entsprechen. Sofern für die jeweilige Bestimmung nichts anderes festgelegt ist, werden die entsprechenden Reagenzien von analytischer Reinheit nach ISO 26845, Abschnitt 5, soweit notwendig, verwendet.

## 6 Blindversuch

Der Blindversuch muss mit den identischen Mengen der Reagenzien unter identischen Bedingungen und mit identischen Verfahren während jeder Bestimmung durchgeführt werden, um eine Korrektur der erhaltenen Analysenergebnisse durchzuführen.

## 7 Bestimmung des Gesamtsiliciumgehalts

### 7.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren

Der Gesamtsiliciumgehalt muss durch eins der folgenden Verfahren bestimmt werden. Falls vierstellige Analysenergebnisse gefordert sind, wird Verfahren A angewendet. Falls zwei- oder dreistellige Analysenergebnisse gefordert sind, kann Verfahren B angewendet werden.

- Verfahren A: Gravimetrie und ICP-OES nach Schmelzen und Abspaltung durch Dehydratisierung/Unlöslichmachen.
- Verfahren B: Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) mit Schmelzaufschluss-Verfahren.

### 7.2 Gravimetrie und ICP-OES nach Schmelzen und Abspaltung durch Dehydratisierung/Unlöslichmachen

#### 7.2.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird mit Alkalicarbonat geschmolzen und die Schmelze wird mit einer Säure behandelt, um sie durch Filtration in zwei Teile von Silicium aufzuteilen, d. h. unlösliches Silicium und lösliches Silicium. Unlösliches Silicium wird gravimetrisch als Siliciumdioxid bestimmt, das nach der Entzündung umgewandelt wurde, während lösliches Silicium im Filtrat mit induktiv gekoppelter Plasma-Emissionsspektrometrie (ICP-OES) bestimmt wird. Deren Summe ergibt den Gesamtsiliciumgehalt.

#### 7.2.2 Reagenzien

Es müssen Reagenzien von analytischer Reinheit verwendet werden. Reagenslösungen müssen in Kunststoffflaschen aufbewahrt werden.

**7.2.2.1 Wasser**, der Qualität 1 oder besser nach ISO 3696.

**7.2.2.2 Wasserfreies Natriumcarbonat**, nach ISO 6353-3 oder von besserer Qualität.

**7.2.2.3 Chlorwasserstoffsäure (1+1), (1+4), (1+50)**, hergestellt durch entsprechendes Verdünnen von Chlorwasserstoffsäure mit Wasser.

**7.2.2.4 Schwefelsäure (1+1), (1+4)**, hergestellt durch entsprechendes Verdünnen von Schwefelsäure mit Wasser.

**7.2.2.5 Cellulosepulver**.

**7.2.2.6 Polyethylenoxidlösung [0,05 % (m/V)]**, hergestellt durch Lösen von Polyethylenoxid in Wasser.

**7.2.2.7 Fluorwasserstoffsäure**, mit einer Konzentration von 48 %.

#### 7.2.3 Prüfeinrichtungen und Geräte

Es werden übliche Laboreinrichtungen und -geräte für die chemische Analyse nach ISO 26845, Abschnitt 4, verwendet.

**7.2.3.1 Platinschale**.

**7.2.3.2 Platintiegel**.

**7.2.3.3 Brenner**, der auf 1 100 °C geheizt werden kann.

**7.2.3.4 Muffelofen**, der bei 1 100 °C betrieben werden kann.

**7.2.3.5 Waage**, ablesbar auf 0,1 mg.

**7.2.3.6 Induktiv gekoppeltes Plasma-Emissionsspektrometer (ICP-OES).**

#### **7.2.4 Durchführung**

Das Verfahren muss wie folgt durchgeführt werden. Alternativ kann das in ISO 21068-2, Abschnitt 8, beschriebene Verfahren angewendet werden.

##### **7.2.4.1 Schmelzen der Probe**

0,30 g Probe und 2,0 g wasserfreies Natriumcarbonat werden in eine Platinschale eingewogen und gut durchmischt. Mit einem Brenner oder in einem Muffelofen wird vorsichtig mit dem Erwärmen begonnen und die Temperatur wird allmählich auf 1 000 °C erhöht, um die Probe vollständig zu schmelzen.

##### **7.2.4.2 Trennung von Silicium**

Auf einer Heizplatte werden 20 ml Chlorwasserstoffsäure (1+1) hinzugegeben, um die Schmelze zu trennen. In dieser Phase erscheint das Siliciumdioxid geliert als Niederschlag. Es gibt zwei Verfahren zur Trennung des Siliciumdioxid-Niederschlags.

- a) Der Niederschlag wird sorgfältig bis zur Trockenheit dehydratisiert, um ein Verspritzen zu verhindern; dann werden 5 ml Chlorwasserstoffsäure und 20 ml Wasser hinzugegeben, um jegliches Salz zu lösen, das sich mit dem Niederschlag vermischt hat. Der Niederschlag wird auf Filterpapier filtriert und mehrere Male mit heißer Chlorwasserstoffsäure (1+50) und anschließend mit heißem Wasser so lange gewaschen, bis er kein Salz mehr enthält. Das Filtrat und die Waschlösung werden zusammen in einen Messkolben gegeben und auf ein konstantes Volumen gebracht. Dieser Niederschlag wird für die gravimetrische Analyse von unlöslichem Silicium und die Lösung wird für die ICP-OES-Bestimmung von löslichem Silicium aufbewahrt.
- b) Nach der Entwicklung des gelierten Siliciumdioxids werden 0,05 g Cellulosepulver und 10 ml Polyethylenoxidlösung hinzugegeben, um das Siliciumdioxid für eine einfache Filtration zu agglomerieren. Es wird in einem Ablauf filtriert und gewaschen und dieser Niederschlag wird für die gravimetrische Analyse von unlöslichem Siliciums und die Lösung wird für die ICP-OES-Bestimmung von löslichem Silicium aufbewahrt.

##### **7.2.4.3 Gravimetrische Analyse von unlöslichem Silicium**

Der auf dem Filterpapier verbliebene Niederschlag wird zusammen mit dem Filterpapier auf einen Platintiegel überführt und nach Verkohlung und Veraschung des Papiers bei 1 100 °C entzündet. Der Tiegel wird gewogen. Der Niederschlag im Tiegel wird mit ein paar Tropfen Wasser und Schwefelsäure (1+1) befeuchtet und es werden 10 ml Fluorwasserstoffsäure hinzugegeben. Dann wird bis zur Trockenheit auf einer Heizplatte verdampft, um das Siliciumdioxid vollständig zu entfernen, es wird bei 1 100 °C entzündet und der Tiegel wird erneut gewogen. Der Massenverlust nach der Behandlung mit Fluorwasserstoffsäure muss der Menge des unlöslichen Siliciumdioxids entsprechen.

##### **7.2.4.4 ICP-OES von löslichem Silicium**

Ein aliquoter Teil der aufbewahrten Lösung wird in ein Argon-Plasma des ICP-OES gesaugt, um das lösliche Silicium in der Probe zu bestimmen.

#### **7.2.5 Blindversuch**

Blindbestimmungen werden nach den Schritten von 7.2.4.1 bis 7.2.4.4 durchgeführt, ohne eine Probe zu entnehmen.

### 7.2.6 Erstellen der Kalibrierkurve

Für ICP-OES werden Kalibrierlösungen hergestellt, die den Bereich der Konzentration von Silicium in der Prüflösung abdecken. Jede Kalibrierlösung muss eine ähnliche Matrix wie die Prüflösung aufweisen.

Mit diesen Kalibrierlösungen werden die Kalibrierkurven für lösliches Silicium erstellt, um den Zusammenhang zwischen der Emissionsintensität und der Siliciummenge herzustellen.

### 7.2.7 Berechnung

Anhand der Menge von unlöslichem Silicium in 7.2.4.3, von löslichem Silicium in 7.2.4.4 und des Blindversuchs in 7.2.5 wird der Gesamtgehalt an Silicium mit Gleichung (1) berechnet.

$$T.Si = [(m_1 - m_0) + (A_1 - A_0)]/m \times 0,4674 \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

$T.Si$  der Gesamtsiliciumgehalt in der Probe, in % (Massenanteil);

$m_1$  die Menge an nicht löslichem Siliciumdioxid in der Probe, in g;

$m_0$  die Menge an nicht löslichem Siliciumdioxid im Blindversuch, in g;

$A_1$  die Menge an löslichem Siliciumdioxid in der Probe, in g;

$A_0$  die Menge an nicht löslichem Siliciumdioxid im Blindversuch, in g;

$m$  die gewogene Menge der Probe, in g.

## 7.3 Röntgenfluoreszenzanalyse (XRF) mit Schmelzaufschluss-Verfahren

Das Verfahren muss EN 12698-2 entsprechen.

## 8 Bestimmung des Gesamtstickstoffgehalts

### 8.1 Klassifizierung der Bestimmungsverfahren

Der Gesamtstickstoffgehalt muss durch eins der folgenden Verfahren bestimmt werden. Falls vierstellige Analysenergebnisse gefordert sind, wird Verfahren A oder Verfahren C angewendet. Falls zweistellige Analysenergebnisse gefordert sind, kann Verfahren B angewendet werden.

- Verfahren A: acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung;
- Verfahren B: thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion;
- Verfahren C: acidimetrische Titration nach Schmelzen und Ammoniaktrennung.

### 8.2 Acidimetrische Titration nach Säuredruckaufschluss und Destillationstrennung

#### 8.2.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird in einem Druckaufschlussgefäß mit einer Mischung aus Fluorwasserstoffsäure und Schwefelsäure aufgeschlossen, um Stickstoff in Ammoniak umzuwandeln. Es wird Borsäure zugesetzt und die Lösung wird in einen Destillierkolben umgefüllt. Es wird Natriumhydroxid hinzugegeben und die Dampfdestillation wird durchgeführt. Das destillierte Ammoniak wird mit einer bekannten Menge Amidosulfonsäure umgesetzt und der Überschuss an Amidosulfonsäure wird mit einer Natriumhydroxid-Standardlösung zurücktitriert.

## 8.2.2 Reagenzien

Es müssen Reagenzien von analytischer Reinheit verwendet werden. Reagenslösungen müssen in Kunststoffflaschen aufbewahrt werden.

**8.2.2.1 Wasser**, der Qualität 1 oder besser nach ISO 3696.

**8.2.2.2 Fluorwasserstoffsäure**.

**8.2.2.3 Schwefelsäure**.

**8.2.2.4 Natriumhydroxid**, mit einer Reinheit von über 97,0 % (Massenanteil).

**8.2.2.5 Natriumhydroxidlösung (500 g/l)**, hergestellt durch Lösen von Natriumhydroxid in Wasser.

**8.2.2.6 Amidosulfonsäure**, mit einer Reinheit von über 99,0 % (Massenanteil).

**8.2.2.7 0,1 mol/l Amidosulfonsäurelösung**, hergestellt durch Wägen von 10,0 g Amidosulfonsäure und Lösen in Wasser, aufgefüllt auf 1 000 ml. Der Faktor dieser Lösung wird mit Gleichung (2) berechnet.

$$F = m \times P / (9,7095 \times 100) \quad (2)$$

Dabei ist

$F$  der Faktor für die 0,1 mol/l Amidosulfonsäurelösung;

$m$  die gewogene Menge der Amidosulfonsäure, in g;

$P$  die Reinheit der Amidosulfonsäure, in % (Massenanteil).

**8.2.2.8 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung**, hergestellt durch Lösen von Natriumhydroxid in Wasser nach ISO 21068-3, 5.2.2.8. Genau 50 ml der 0,1 mol/l Amidosulfonsäurelösung werden in ein Becherglas (200 ml) gegeben und mit Wasser auf etwa 100 ml verdünnt. Diese Lösung wird mit der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung in ein pH-Messgerät titriert. Der Endpunkt wird bei einem pH-Wert von 5,5 angesetzt und das verbrauchte Titrationsvolumen wird bestimmt. Der Faktor dieser Lösung wird mit Gleichung (3) berechnet.

$$F_1 = F \times 50,00 / V \quad (3)$$

Dabei ist

$F_1$  der Faktor für die 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung;

$F$  der Faktor für die 0,1 mol/l Amidosulfonsäurelösung;

$V$  das Titrationsvolumen der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung, in ml.

**8.2.2.9 Borsäure**.

**8.2.2.10 Ammoniumsulfat**, mit einer Reinheit von über 99,9 % (Massenanteil).

## 8.2.3 Prüfeinrichtung

Es werden übliche Laboreinrichtungen für die chemische Analyse und die folgenden Geräte verwendet.

**8.2.3.1 Platintiegel**.

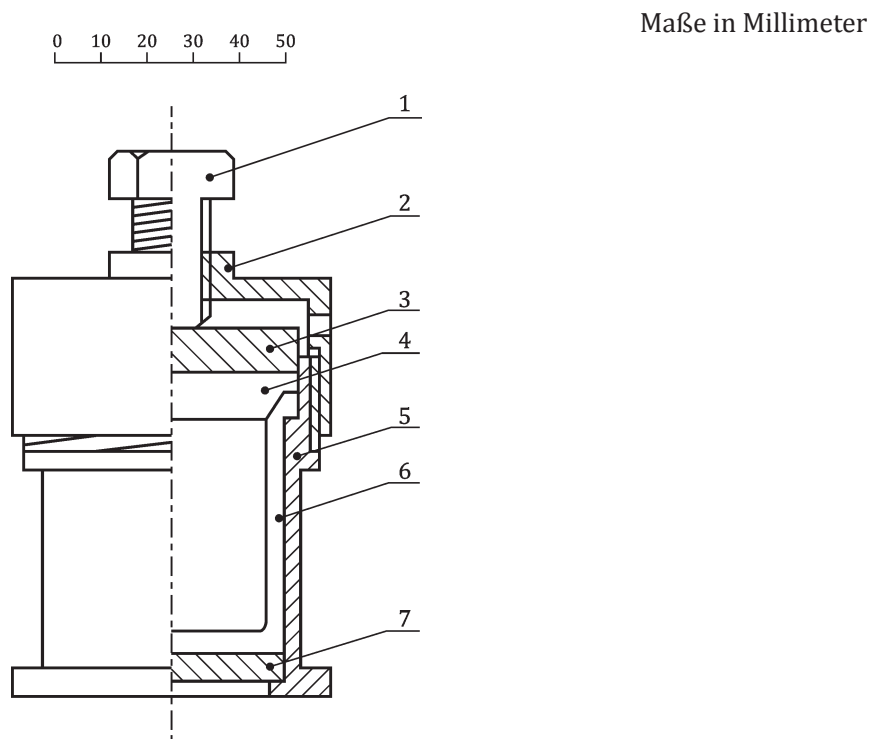
**8.2.3.2 Druckaufschlussgefäß**, marktübliche Ausführung.

Ein Beispiel ist in Bild 1 dargestellt. Das Gefäß wird ausschließlich für diese Analyse verwendet, um eine Kreuzkontamination durch Stickstoff zu vermeiden. Wird ein Gefäß verwendet, das jemals mit Salpetersäure in Kontakt war, können niedrigere Werte für Stickstoff erhalten werden.

**8.2.3.3 Luftbad**, das auf  $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$  erwärmt werden kann.

**8.2.3.4 Dampfdestillationsgerät**, bestehend aus den unten aufgeführten Geräteteilen.

Ein Beispiel für dieses Gerät ist in Bild 2 dargestellt. Jedes Geräteteil muss aus Hartglas bestehen, mit gewöhnlichen Schliffverbindungen verbunden sein und mit Feder- oder Klemmbefestigungen nach ISO 21068-3, Bild 1, angebracht werden.

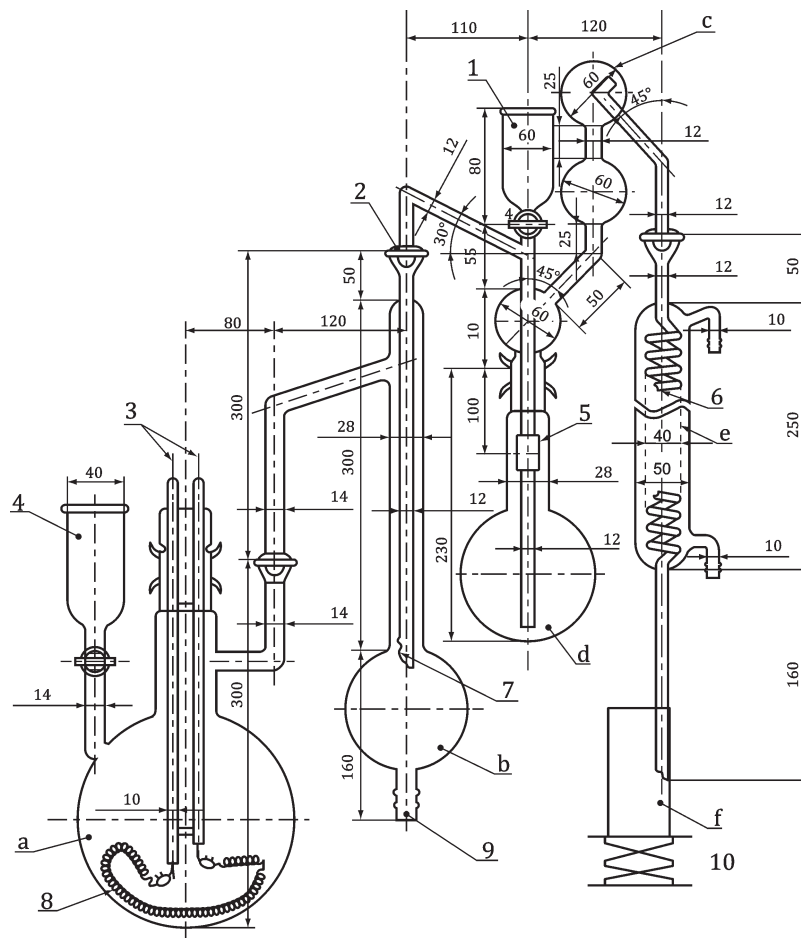


#### Legende

- 1 Mittelschraube
- 2 Schraubenkappe
- 3 Deckplatte
- 4 Deckel aus PTFE
- 5 Zylinder
- 6 Flasche aus PTFE
- 7 Bodenplatte

**Bild 1 — Beispiel für ein abgedichtetes Aufschlussgefäß**

Maße in Millimeter



### Legende

- |                                     |                                                           |
|-------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| a Kolben (2,5 l) zur Dampferzeugung | 3 Dumet-Draht                                             |
| b Abscheider (500 ml)               | 4 Trichter mit Sperrhahn                                  |
| c kugelförmiges Teil und Rohr       | 5 Gummischlauch                                           |
| d Destillierkolben (750 ml)         | 6 13 bis 15 Windungen                                     |
| e Graham-Kühler                     | 7 kleine Öffnungen                                        |
| f Auffanggefäß                      | 8 elektrisches Heizgerät                                  |
| 1 Trichter                          | 9 Verbindungsstück zwischen Gummischlauch und Quetschhahn |
| 2 Kugelschale                       | 10 Heber                                                  |

**Bild 2 — Beispiel für ein Dampfdestillationsgerät**

**8.2.3.5 Dampferzeugungskolben (2,5 l)**, ausgestattet mit einem Trichter mit Absperrhahn, einer Heizeinrichtung (mit 1-kW-Nichromdraht) und einem Dampfaustrittsrohr.

**8.2.3.6 Abscheider**, der Boden eines Kolbens muss mit einem Gummischlauch mit Quetschhahn zum Ablassen verbunden werden.

Die Spitze des Dampfaustrittsrohrs muss mit mehreren kleinen Löchern versehen sein.

**8.2.3.7 Glaskolben**, ausgestattet mit einem Dampfeinleitungsrohr, einem Trichter mit Absperrhahn sowie spritzwassergeschütztem Abscheider usw.

Das Dampfeinleitungsrohr muss in der Mitte durchgeschnitten sein, damit die Spitze durch Anschluss an einen Gummischlauch ausgetauscht werden kann.

#### 8.2.3.8 Destillierkolben (750 ml).

#### 8.2.3.9 Spiralkondensator.

#### 8.2.3.10 Auffanggefäß, es muss ein hohes (300-ml-)Becherglas verwendet werden.

#### 8.2.3.11 pH-Messgerät, ablesbar bis zum kleinsten Wert von 0,1 und mit einer Glaselektrode ausgestattet.

### 8.2.4 Durchführung

- a) **Säuredruckaufschluss der Probe.** 0,15 g Probe werden in einen Platintiegel (20 ml) gewogen und 5 ml Schwefelsäure (1+1) und 5 ml Fluorwasserstoffsäure werden hinzugegeben. Der Tiegel wird in ein Druckaufschlussgefäß gestellt und entsprechend den Anweisungen des Herstellers verschlossen. Das Gefäß wird in ein Luftbad gestellt und für 16 h bei  $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$  erwärmt. Säuredruckaufschluss unter Mikrowelleneinstrahlung kann, sofern verfügbar, ebenfalls durchgeführt werden.
- b) **Herstellung der Probenlösung.** Nach dem Abkühlen wird das Gefäß auseinandergenommen. Durch Waschen des Tiegels mit Wasser wird die Lösung in ein 100-ml-Becherglas aus Kunststoff überführt. 5 g Borsäure werden hinzugegeben und es wird gut gemischt.
- c) **Vorbereitung des Dampfdestillationsgerätes.** Nach dem Überführen der Lösung in einen Destillierkolben wird ein Destilliergerät zusammengesetzt und genau 50 ml der 0,1 mol/l Amidosulfonsäure werden in das Auffanggefäß gegeben. Der Spiralkondensator wird so angebracht, dass die Spitze in die Lösung eintaucht. 50 ml Natriumhydroxidlösung (500 g/l) werden durch den Trichter des Kolbens gegossen und der Trichter wird mit Wasser gewaschen, bis das Volumen auf 150 ml aufgefüllt ist; dann wird der Absperrhahn des Trichters geschlossen.
- d) **Dampfdestillation.** Die Dampfdestillation wird mit einem Dampfstrom von 4,5 ml bis 5,0 ml je Minute durchgeführt. Wenn das Destillat etwa 170 ml erreicht, wird das Auffanggefäß abgesenkt, um die Spitze des Kondensators oberhalb der Flüssigkeitsoberfläche freizulegen, und die Destillation wird fortgesetzt, bis das Destillat etwa 200 ml erreicht. Die Außenseite der Spitze wird mit einer kleinen Menge Wasser abgewaschen. Bei Verwendung eines neuen Destillationsgerätes oder eines Gerätes, das noch nicht all zu lange in Gebrauch ist, wird für 2 h bis 3 h eine Vordestillation durchgeführt, um seine Innenseite abzuwaschen.
- e) **Titration.** Das Destillat wird mit der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung in ein pH-Messgerät titriert. Der Endpunkt wird bei einem pH-Wert von 5,5 angesetzt und das Titrationsvolumen wird aufgezeichnet.

### 8.2.5 Messung der Ausbeute

0,280 g Ammoniumsulfat werden auf 0,1 mg in einen (20-ml-)Platintiegel gewogen, die Schritte von 8.2.4 werden durchgeführt und die Ausbeute wird nach Gleichung (4) berechnet. Die Ausbeute darf nicht weniger als 99 % betragen.

$$R = [(50,00 \times F) - (V \times F_1)] \times 0,001\,400\,7 / (m \times 0,212\,0) \times 100 \quad (4)$$

Dabei ist

$R$  die Ausbeute, in %;

$F$  der Faktor für die 0,1 mol/l Amidosulfonsäurelösung;

$V$  das Titrationsvolumen der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung, in ml;

$F_1$  der Faktor für die 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung;

$m$  die gewogene Menge von Ammoniumsulfat, in g.

### 8.2.6 Berechnung

Der Gesamtstickstoffgehalt in der Probe wird mit Gleichung (5) berechnet.

$$T.N = \{[(50,00 \times F) - (V \times F_1)] \times [(0,001\,400\,7 \times 100/R)]\}/m \times 100 \quad (5)$$

Dabei ist

$T.N$  der Gesamtstickstoffgehalt in der Probe, in % (Massenanteil);

$F$  der Faktor für die 0,1 mol/l Amidosulfonsäurelösung;

$V$  das Titrationsvolumen der 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung, in ml;

$F_1$  der Faktor für die 0,1 mol/l Natriumhydroxidlösung;

$R$  die Ausbeute (%) in 8.2.5;

$m$  die gewogene Menge der Probe, in g.

## 8.3 Thermische Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion

### 8.3.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird mit einem Flussmittel in einem Graphittiegel unter einem Inertgasstrom geschmolzen, um Stickstoff und andere Gase aus der Probe zu extrahieren. Der Gehalt an elementarem Stickstoff wird mithilfe eines Wärmeleitfähigkeitsdetektors bestimmt, nachdem Begleitstoffe wie Kohlenstoffmonoxid, Kohlenstoffdioxid, andere Gase und Feuchte entfernt wurden.

### 8.3.2 Reagenzien

Es müssen die folgenden Reagenzien verwendet werden.

**8.3.2.1 Helium**, mit einer Reinheit von über 99,99 % (Volumenanteil).

**8.3.2.2 Flussmittel**, in Kugel- oder Korbform aus Zinn oder Nickel.

Es wird eine Kombination von Metallen verwendet, die sich von derjenigen der Kapsel unterscheidet.

### 8.3.3 Prüfeinrichtung

**8.3.3.1 Kapsel**, aus Nickel oder Zinn, die für jede Prüfeinrichtung vorgegeben ist.

**8.3.3.2 Graphittiegel**, geeignet für den Einsatz in einem Impulsofen.

Ein Beispiel ist in Bild 3 a) und Bild 3 b) dargestellt.

Maße in Millimeter

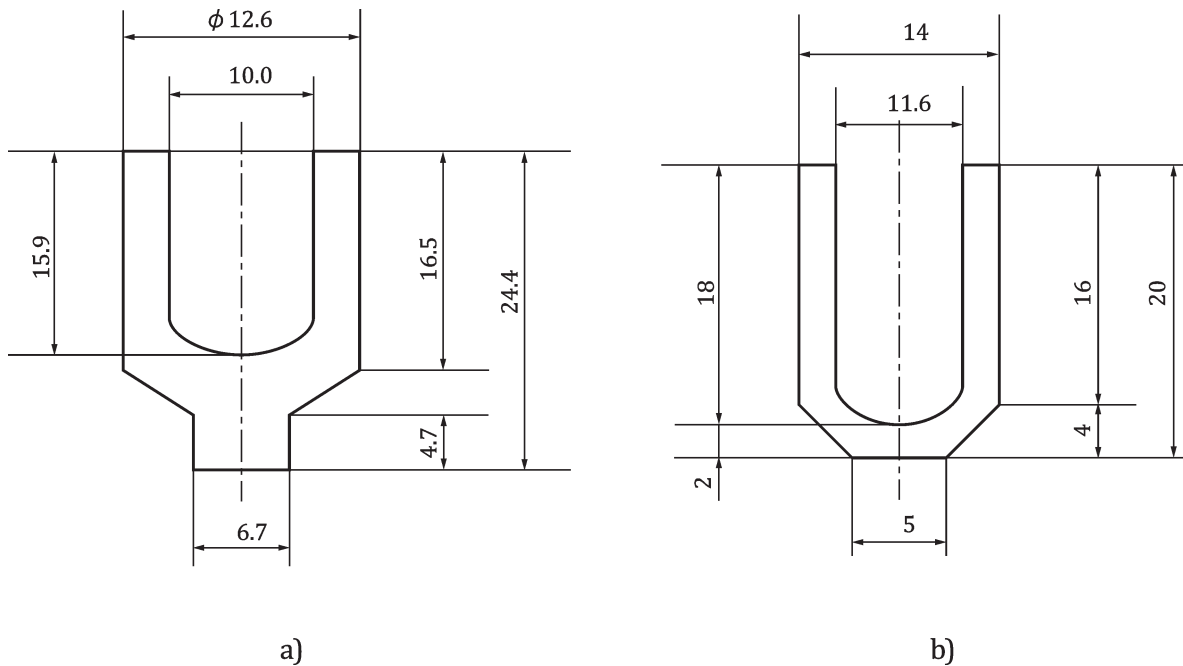


**Bild 3 — Beispiel für einen Graphittiegel**

#### **8.3.4 Messgerät**

Es wird ein handelsüblicher Analysator für Stickstoff verwendet. Er besteht aus den unten aufgeführten Geräteteilen. Das Blockdiagramm ist in Bild 4 dargestellt.

**8.3.4.1 Inertgasrefiner**, der aus einem Desoxidationsrohr (reduziertes Kupfer) mit einem Elektroofen, einem Kohlenstoffdioxid-Absorptionsrohr (Natriumhydroxidkugeln für die Gasanalyse) und einem Wasser-Absorptionsrohr (Magnesiumperchlorat für die Trocknung) usw. besteht.

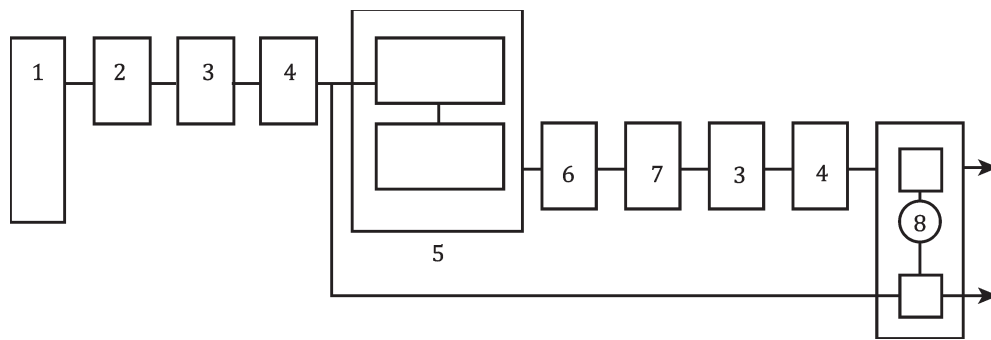
An einigen Geräten ist ein Entstickungsrohr (Titanschwamm) angebracht.

**8.3.4.2 Gasextraktor**, der aus einer Probenzuführung, einem Impulsofen usw. besteht.

Mithilfe der Probenzuführung kann die Kapsel mit der Probe in den Graphit-Tiegel im Impulsofen unter einem Inertgasstrom eingebracht werden. Der Impulsofen muss dazu in der Lage sein, eine Temperatur von 3 000 °C zu erreichen. Die obere wassergekühlte Kupferelektrode ist fest installiert; die untere Elektrode bewegt sich vertikal. Der Graphittiegel befindet sich zwischen den beiden Elektroden.

**8.3.4.3 Abgasreiniger**, der aus einem mit Glaswolle gefüllten Staubsammelrohr, einem mit Natriumhydroxidkugeln gefüllten Kohlenstoffdioxid-Absorptionsrohr für die Gasanalyse und einem Wasser-Absorptionsrohr mit Magnesiumperchlorat für die Trocknung usw. besteht.

**8.3.4.4 Gasdetektor**, der aus einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor und einem Integrationsmessgerät besteht.



### Legende

- 1 Heliumversorgung
- 2 Sauerstoffabsorber mit Elektroheizung
- 3 Kohlenstoffdioxidabsorber
- 4 Wasser-Absorptionsrohr
- 5 Impulsofen
- 6 Staubabscheider
- 7 Oxidationsrohr mit Elektroheizung
- 8 Wärmeleitfähigkeitsdetektor

**Bild 4 — Blockdiagramm der thermischen Konduktometrie nach Trägergas-Schmelzextraktion**

### 8.3.5 Durchführung

- a) **Menge der Probe.** 0,02 g bis 0,04 g Probe werden entnommen. Kann eine vollständige Stickstoffextraktion erzielt werden, werden bis zu 0,1 g Probe entnommen.
- b) **Einschalten des Messgerätes.** Das Messgerät wird eingeschaltet und die Regler werden entsprechend der Bedienungsanleitung des Herstellers auf die festgelegten Werte eingestellt. Es wird gewartet, bis das Messgerät stabil ist.
- c) **Vorheizen.** Ein neuer Graphittiegel wird auf die festgelegte Position im Impulsofen gestellt. Das Inertgas wird eingestellt und der Ofen dann eingeschaltet. Der Graphittiegel wird für die festgelegte Dauer bei Entgasungstemperatur und anschließend bei Gasextraktionstemperatur erhitzt. Das Integrationsmessgerät wird abgelesen (im Folgenden als „Integralwert“ bezeichnet). Die Entgasungs- und Extraktionsschritte werden wiederholt, bis ein stabiler Integralwert erreicht ist.
- d) **Entgasen des Graphittiegels.** Die festgelegte Menge Bathmetall wird in einen neuen Graphittiegel eingefüllt und dieser an die festgelegte Position im Impulsofen gestellt. Die Probe wird in eine Kapsel eingewogen und mithilfe einer Vorrichtung umschlossen. Die Kapsel wird an der festgelegten Position des Probengebläses angeordnet. Das Inertgas wird eingeleitet und der Graphittiegel eingeschaltet. Sie wird für die festgelegte Dauer bei der Entgasungstemperatur erhitzt, um so den Graphittiegel und das Bathmetall zu entgasen.
- e) **Messung.** Die Kapsel mit der Probe wird in den Graphittiegel geworfen. Der Tiegel wird eingeschaltet und die Probe für die festgelegte Dauer bei Gasextraktionstemperatur erhitzt; der Integralwert wird abgelesen.

### 8.3.6 Blindversuch

Eine Blindbestimmung wird nach den Schritten von 8.3.5 ohne eine Probe zu entnehmen durchgeführt. Dieser Vorgang wird drei- bis fünfmal wiederholt und der Mittelwert berechnet.

### 8.3.7 Berechnung des Kalibrierkoeffizienten

Es wird ein Nitrid verwendet, dessen Stickstoffgehalt bekannt ist und dessen Sauerstoffgehalt nicht großartig von dem der für die Kalibrierung verwendeten Probe abweicht. Einige Referenzmaterialien aus Siliciumnitridpulver können verfügbar sein. Wird ein Nitrid verwendet, dessen Sauerstoffgehalt stark von dem der Probe, die zur Kalibrierung verwendet wurde, abweicht, können Messfehler entstehen. Die Schritte von 8.3.5 werden mit der Probe für die Kalibrierung durchgeführt. Die aus drei bis fünf Messungen erhaltenen Werte werden gemittelt und der Kalibrierkoeffizient wird nach Gleichung (6) berechnet. Einige handelsübliche Messgeräte können den Blindversuchswert, den Kalibrierkoeffizienten und den Gehalt an Stickstoff automatisch berechnen.

$$K = (m \times N / 100) / (A_1 - A_0) \quad (6)$$

Dabei ist

$K$  der Kalibrierkoeffizient, in g/Integralwert;

$m$  die gewogene Menge der Probe für die Kalibrierung, in g;

$N$  der Stickstoffgehalt in der Probe für die Kalibrierung, in % (Massenanteil);

$A_1$  der Integralwert der Probe für die Kalibrierung;

$A_0$  der Integralwert des Blindversuchs nach 8.3.6.

### 8.3.8 Berechnung

Der Gesamtstickstoffgehalt in der Probe wird mit Gleichung (7) berechnet.

$$T.N = [(A_2 - A_0) \times K] / m \times 100 \quad (7)$$

Dabei ist

$T.N$  der Gesamtstickstoffgehalt in der Probe, in % (Massenanteil);

$A_2$  der Integralwert der Probe nach 8.3.5;

$A_0$  der Integralwert des Blindversuchs nach 8.3.6;

$K$  der Kalibrierkoeffizient, in g/Integralwert, nach 8.3.7;

$m$  die gewogene Menge der Probe, in g.

## 8.4 Acidimetrische Titration nach Schmelzen und Ammoniaktrennung

Das Verfahren muss EN 12698-1, 7.3, entsprechen.

## 9 Bestimmung von Aluminium, Eisen und Calcium

### 9.1 Kurzbeschreibung

Eine Probe wird in einem Druckaufschlussgefäß mit einer Mischung aus Salpetersäure und Fluorwasserstoffsäure aufgeschlossen, um sie in Lösung zu bringen. Nach Entfernen von Silicium durch Fluorwasserstoffbehandlung und gleichzeitiger Schwefelsäurebehandlung wird das Produkt bis zur Trockenheit verdampft und in Chlorwasserstoffsäure gelöst. Aluminium, Eisen und Calcium in der Lösung werden mithilfe von ICP-OES bestimmt.